

(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



(11)

**EP 0 920 486 B1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT

(45) Veröffentlichungstag und Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenterteilung:  
**16.01.2002 Patentblatt 2002/03**

(51) Int Cl.7: **C11D 1/835**

(86) Internationale Anmeldenummer:  
**PCT/EP97/02892**

(21) Anmeldenummer: **97927127.7**

(87) Internationale Veröffentlichungsnummer:  
**WO 97/47716 (18.12.1997 Gazette 1997/54)**

(22) Anmeldetag: **04.06.1997**

### (54) WÄSSRIGES WÄSCHEWEICHSPÜLMITTEL MIT HOHEM ZETA-POTENTIAL

AQUEOUS LAUNDRY SOFTENING AGENT WITH HIGH ZETA POTENTIAL

ASSOUPLISSANT TEXTILE AQUEUX A HAUT POTENTIEL ZETA

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE DE ES FR GB IT NL**

(30) Priorität: **14.06.1996 DE 19623764**

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**09.06.1999 Patentblatt 1999/23**

(73) Patentinhaber: **Cognis Deutschland GmbH**  
**40589 Düsseldorf (DE)**

(72) Erfinder:  
• **BEHLER, Ansgar**  
**D-46240 Bottrop (DE)**

- **WILSCH-IRRGANG, Anneliese**  
**D-40593 Düsseldorf (DE)**
- **VÖLKEL, Theodor**  
**D-40699 Erkrath (DE)**
- **GUCKENBIEHL, Bernhard**  
**D-40591 Düsseldorf (DE)**

(56) Entgegenhaltungen:  
**EP-A- 0 530 959 DE-A- 4 437 032**  
**US-A- 4 149 978 US-A- 4 201 680**

- **DATABASE WPI Section Ch, Week 9225 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A87, AN 92-205447 XP002051958 & JP 04 136 270 A (YUSHIRO KAGAKU KOGYO KK), 11.Mai 1992**

**EP 0 920 486 B1**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist. (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft wäßrige Dispersionen, die Fettstoffe und Emulgatoren enthalten, als Wäscheweichspülmittel, die sich durch ein hohes positives Zeta-Potential der Dispersion auszeichnen.

[0002] Textilbehandlungsmittel, die einen weichpflegenden Effekt auf Wäsche haben sind wohl bekannt. Sie werden üblicherweise im letzten Spülgang einer maschinellen Wäsche eingesetzt und verleihen der Wäsche einen angenehmen, weichen Griff, da sie ein ausgeprägtes Sorptionsvermögen auf den unterschiedlichsten Faseroberflächen aufweisen. Die Belegung der Faser mit den langkettigen Molekülen führt zu einem Gleiteffekt zwischen den Fasern und verhindert damit die Wasser- oder Trockenstarre, die für den harten Griff des Gewebes verantwortlich ist. Ein möglicher Adsorptionsmechanismus für das Aufziehen von weichmachenden Wirkstoffen besteht in der elektrostatischen Anziehung zwischen der, z.B. durch Waschkalkalieg negativ geladenen Faseroberfläche und positiv geladenen Weichmacher-Partikeln. Aussagen über die Größe und das Vorzeichen der Oberflächenladung können durch Messung des sogenannten Zeta-Potentials erhalten werden, welches die Galvani-Spannung an der diffusen elektrochemischen Doppelschicht an der Phasengrenze zwischen der Oberfläche eines Feststoffs, beispielsweise eines dispergierten Weichmachers, und einer Flüssigkeit, beispielsweise der Waschflotte, beschreibt.

[0003] Üblicherweise werden als textilweichmachende Wirkstoffe wasserunlösliche quaternäre Ammoniumverbindungen, die zwei langkettige Alkyl- oder Alkenylreste enthalten, verwendet. Häufig eingesetzte Verbindungen sind Ditalgdimethylammoniumchlorid oder Distearylidimethylammoniumchlorid. Da derartige Verbindungen aber als ökologisch bedenklich gelten, werden zunehmend Difettsäuretrialkanolaminestersalze eingesetzt, die durch Umsetzung eines Trialkanolamins mit technischen Fettsäuren und anschließender Quaternierung erhalten werden, wie beispielsweise Methyl-N-(2-hydroxyethyl)-N,N-di(talgacyloxyethyl)ammonium-methosulfat.

[0004] Üblicherweise werden Wäscheweichspülmittel in Form wäßriger Dispersionen angeboten. Dabei stellt sich das Problem, daß mit zunehmenden Anteil an Aktivsubstanz die Viskosität der Dispersion ansteigt, was die Handhabung durch den Verbraucher erschwert, und weiterhin die Stabilität derartiger Produkte nicht ausreicht. Um derartige Probleme zu überwinden wurde beispielsweise in der EP 043 622 B1 eine wäßrige stabile Dispersion vorgeschlagen, die 8 bis 22 Gew.-% eines wasserunlöslichen kationischen Textilweichmachers enthält, sowie ein die Viskosität regulierendes System, enthaltend 0,5 bis 6 Gew.-% C<sub>10-24</sub>-Kohlenwasserstoffe, C<sub>10-24</sub>-Fettsäuren oder C<sub>10-24</sub>-Fettsäureester aus Fettsäuren mit kurzkettigen Alkoholen oder C<sub>10-24</sub>-Fettalkohole und 0,05 bis 1 Gew.-% eines wasserlöslichen kationischen Polymers. Der Zusatz von Polymeren zur Viskositätsregelung führt aber häufig zu einer verringerten Leistung der Weichspülmittel. Mittel ohne polymere Viskositätsregler werden in der DE 36 02 089 C2 beschrieben. Die Mittel enthalten neben üblichen kationischen Textilweichmachern einen Fettalkohol mit 10 bis 24 Kohlenstoffatomen, wobei das Gewichtsverhältnis zwischen kationischen Weichmachern zu Fettalkoholen zwischen 3,5 : 1 und 6 : 1 liegt. Als Emulgatoren werden ethoxylierte Amine eingesetzt. Aus der Deutschen Patentanmeldung 42 32 448 A1 sind feste Mittel bekannt, die quartäre Difettsäuretrialkanolaminestersalze, sowie eine Hydroxyverbindung, ausgewählt aus der Gruppe der Fettalkohole, Fettalkoholpolyglykoether, Polyolfettsäurepartialester und Kohlenhydrate enthalten und die sich zur Herstellung flüssiger, wäßriger Weichmacherzusammensetzungen (mit 1 bis 50 Gew.-% Aktivsubstanz) eignen. Das Gewichtsverhältnis zwischen quartärem Esteraminsalz und Hydroxyverbindung soll zwischen 9 : 1 und 1 : 1 liegen. Nachteilig bei diesen Mittel ist aber, daß noch relativ hohe Mengen an ökologisch unbefriedigenden, stickstoffhaltigen Verbindungen eingesetzt werden. Dagegen werden in der EP 497 769 A2 saure, wäßrige Weichspülmittel vorgeschlagen, die als weichmachende Komponente Pentaerythritester in Mengen zwischen 1 und 25 Gew.-%, sowie 0,1 bis 10 Gew.-% eines nichtionischen Emulgators enthalten und somit ökologisch unbedenklich sind. Die in dieser Schrift offenbarten Mittel können aber auch bis zu 0,5 Gew.-% quaternierte Ammoniumverbindungen enthalten. Derartige Zusammensetzungen weisen aber bei pH=7 nur Zeta-Potentiale von höchstens +27 mV auf.

[0005] Trotz dieser unterschiedlichen Ansätze, stabile, problemlos handhabbare Textilweichmacherdispersionen herzustellen, besteht nach wie vor das Bedürfnis, die bestehenden Formulierungen in der Leistung und ökologischem Verhalten zu verbessern. Aufgabe der Erfindung war es daher, stabile, wäßrige Textilweichmacherdispersionen auf Basis weitgehend biologisch abbaubarer Inhaltsstoffe mit vorteilhaften ökotoxikologischen Eigenschaften herzustellen. Es wurde nun gefunden, daß Kombinationen biologisch abbaubarer, wasserunlöslicher Fettstoffe mit Emulgatoren in bestimmten Mengenverhältnissen gerade dann zu leistungsfähigen Mitteln führt, wenn das Zeta-Potential der wäßrigen Dispersionen einen bestimmten Wert überschreitet.

[0006] Gegenstand der Erfindung sind daher Wäscheweichspülmittel in Form einer wäßrigen Dispersion einer Avivagekomponente, wobei die Avivagekomponente, bezogen auf das Gewicht des Weichspülmittels, aus 0,5 bis 20 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Fettstoffs und 0,2 bis 10 Gew.-% eines wasserlöslichen und/oder wasserunlöslichen kationischen Emulgators und 0 bis 10 Gew.-% eines nichtionischen Emulgators besteht, wobei das Gewichtsverhältnis zwischen Fettstoff und Emulgatoren zwischen 10 : 1 und 0,5 : 1 liegt und der Maßgabe, daß das Zeta-Potential der wäßrigen Dispersion bei einem pH-Wert von 7 und einer Temperatur von 25 °C mindestens + 30 mV beträgt.

[0007] Um Mittel mit den gewünschten Zeta-Potentialen zu erhalten, ist es vorteilhaft zunächst den Fettstoff mit einer

geeigneten Menge an nichtionischem Emulgator vollständig in Wasser zu dispergieren und dann durch Zugabe des kationischen Emulgators das Zeta-Potential einzustellen.

[0008] Die Messung des Zeta-Potentials stellt eine übliche Methode zur Charakterisierung von fest/flüssig-Dispersionen dar (R.J. Hunter, Zeta Potential in Colloid Science, Seiten 150 bis 162, Academic Press, New York 1981).

Dispergierte Teilchen können sich, beispielsweise durch Adsorption von Ionen auf ihrer Oberfläche, elektrisch aufladen. An der Oberfläche dieser elektrisch geladenen Teilchen bildet sich dadurch eine elektrische Doppelschicht, die fest mit den Partikeln verbunden ist und eine scheinbare Volumenzunahme bewirken. Diese feste Schicht wird von einer beweglichen und diffusen Ionenschicht umhüllt. Das Potential  $\psi_0$  an der Partikeloberfläche fällt nun innerhalb der festen Ionenschicht mit der Dicke  $\delta$  linear auf den Wert  $\psi_\delta$  ab, um in der diffusen Schicht annähernd exponentiell bis auf den Wert 0 zurückzugehen. Die Potentialdifferenz zwischen der inneren festen Ionenschicht  $\psi_\delta$  und dem Punkt innerhalb der diffusen Ionenschicht, bei der das Potential auf  $1/e \cdot \psi_\delta$  zurückgegangen ist, bezeichnet man als Zeta-Potential.

[0009] Das Zeta-Potential kann aus der Wanderungsrichtung und -geschwindigkeit der dispergierten Teilchen im elektrischen Feld direkt ermittelt werden (M. Hoffmann, H. Krömer, R. Kuhn, Polymeranalytik II, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1977, Seiten 260 bis 264), wobei man folgende Beziehung zugrunde legt:

$$\zeta = \frac{f \cdot \pi \cdot v \cdot \eta}{E \cdot \epsilon}$$

$\zeta$  = Zeta-Potential (in mV)

$\epsilon$  = Dielektrizitätskonstante des Dispersionsmittels

$v$  = elektrophoretische Wanderungsgeschwindigkeit (in cm/s)

$\eta$  = Viskosität des Dispersionsmittels (Poise, 1 Poise = 0,1 Pa · s)

$E$  = Feldstärke (in mV)

$f$  = Zahlenfaktor (Reibungsfaktor), der von der Form der Teilchen, ihrer Leitfähigkeit und der Größe der Teilchen im Vergleich zur Dicke der diffusen Doppelschicht abhängt

[0010] Die Messung der Wanderungsgeschwindigkeit erfolgt dabei, je nach Größe der zu untersuchenden Teilchen entweder mittels lichtmikroskopischer Beobachtung oder, insbesondere bei kleineren Teilchen, mittels Laser-Korrelations-Spektroskopie (W. Demtröder, Laserspektroskopie: Grundlagen und Techniken, 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin 1991, Kapitel 12.7 bis 12.7.2).

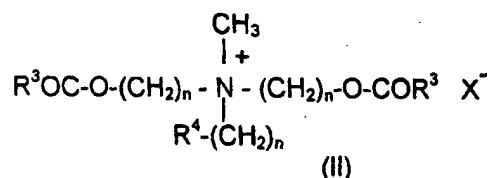
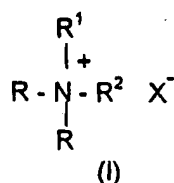
[0011] Das hohe positive Zeta-Potential der Dispersionen führt dazu, daß die dispergierten Teilchen vollständig auf die negativ geladenen Fasern aufziehen können und durch die vollständige Umhüllung der Fasern mit hydrophoben, langkettigen Alkylresten eine gute weichmachende Wirkung erzielt wird. Dabei sind Mittel besonders geeignet, die über einen breiten pH-Wertbereich, wie er in der Waschflotte vorliegt, ein möglichst hohes Zeta-Potential aufweisen. Besonders bevorzugt sind erfindungsgemäße Dispersionen, die nicht nur bei einem pH von 7 ein Zeta-Potential von mindestens + 30 mV aufweisen, sondern die auch bei einem pH-Wert von 8, der häufig in der Waschflotte während des Spülgangs erreicht wird, noch mindestens ein Zeta-Potential von + 25 mV zeigen (Temperatur jeweils 25 °C). Besonders bevorzugt sind Dispersionen, deren Zeta-Potential bei einer Temperatur von 25 °C und einem pH-Wert von 7 mindestens + 40 mV zeigen.

[0012] Die erfindungsgemäßen Dispersionen enthalten mindestens einen Fettstoff in Mengen zwischen 0,5 und 20 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 2 und 12 Gew.-% und insbesondere zwischen 4 und 6 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge des Mittels, sowie den kationischen Emulgator in Mengen zwischen 0,2 und 10 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 0,3 und 8 Gew.-%, insbesondere zwischen 0,4 und 6 Gew.-% und gegebenenfalls einen nichtionischen Emulgator in Mengen bis zu 10 Gew.-%. Wesentlich ist dabei, daß das Gewichtsverhältnis zwischen Fettstoff und Emulgator zwischen 10 : 1 und 0,5 : 1 liegt und die Mengen der Inhaltsstoffe so abgestimmt werden, daß das Zeta-Potential der Dispersion bei einem pH-Wert von 7 und 25 °C mindestens + 30 mV beträgt. Nur dann ist es möglich, daß in ausreichender Menge weichmachende Substanzen auf die Textilfasern aufziehen, um einen guten weichmachenden Effekt zu erzielen. Besonders bevorzugte Dispersionen weisen dabei ein Gewichtsverhältnis zwischen Fettstoff und Emulgatoren zwischen 1 : 1 und 8 : 1, und insbesondere zwischen 2 : 1 und 6 : 1 auf.

[0013] Unter Fettstoffen werden im Rahmen dieser Anmeldungen bei Normaltemperatur (20 °C) feste Fette, Fettalkohole, Wachse und Kohlenwasserstoffe verstanden. Dazu gehören beispielsweise gehärtete Fette und Öle tierischen und pflanzlichen Ursprungs, sowie nichtzyklische, verzweigte und unverzweigte Kohlenwasserstoffe mit 12 bis 30 Kohlenstoffatomen. Beispiele für derartige Verbindungen sind Tetradecan, Hexadecan, Octadecan und Octadecen. Vorzugsweise werden die Fettstoffe aus der Gruppe der Fettsäureester von Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen, sowie Fettsäuren oder Fettalkoholen mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen und Mischungen aus diesen Substanzen ausgewählt. Insbesondere sind Mono- oder Diester von Fettsäuren mit Pentaerythrit, Monoester und Diester von C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren mit Glycerin oder Monoester von C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren mit C<sub>12-18</sub>-Fettalkoholen bevorzugt.

[0014] Beispiele für derartige Verbindungen sind Laurin-, Myristin-, Palmitin- oder Stearinsäure sowie Methyl- und Ethylester dieser Säuren. Als Fettalkohole werden beispielsweise Decanol, Dodecanol, Tetradecanol, Pentadecanol, Hexadecanol oder Octadecanol sowie Mischungen dieser Alkohole eingesetzt. Beispiele für bevorzugt eingesetzte Fettstoffe sind technische Pentaerythridstearinsäureester oder Glycerinmonostearinsäureester sowie technische Fettalkohole.

[0015] Unter kationische Emulgatoren werden im Rahmen der vorliegenden Anmeldung Verbindungen verstanden, die aus der Gruppe der quaternären Ammoniumverbindungen der Formeln (I) und (II) ausgewählt sind,

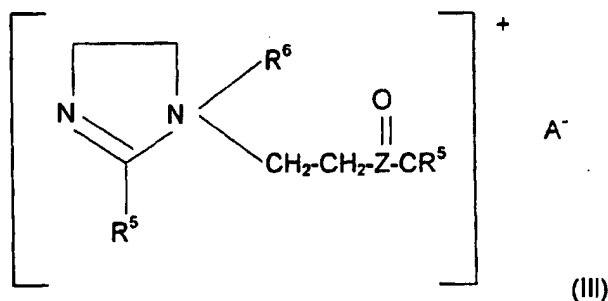


wobei R für einen acyclischen Alkylrest mit 12 bis 24 Kohlenstoffatomen, R<sup>1</sup> für einen gesättigten C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> Alkyl- oder Hydroxyalkylrest steht, R<sup>2</sup> entweder gleich R oder R<sup>1</sup> ist und COR<sup>3</sup> für einen aliphatischen Acylrest mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen mit 0, 1, 2 oder 3 Doppelbindungen steht sowie R<sup>4</sup> gleich H oder OH bedeutet, wobei n den Wert 1, 2 oder 3 hat und X entweder ein Halogenid-, Methosulfat-, Metaphosphat- oder Phosphation ist, sowie Mischungen dieser Verbindungen. Besonders bevorzugt sind Verbindungen, die Alkylreste mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen enthalten.

[0016] Beispiele für kationische Tenside der Formel (I) sind Didecyldimethylammoniumchlorid, Ditalgdimethylammoniumchlorid oder Dihexadecylammoniumchlorid. Beispiele für Verbindungen der Formel (II) sind Methyl-N-(2-hydroxyethyl)-N,N-di(talgacyl-oxyethyl)ammonium-methosulfat, Bis-(palmitoyl)-ethyl-hydroxyethyl-methyl-ammonium-methosulfat oder Methyl-N,N-bis(acyloxyethyl)-N-(2-hydroxyethyl)ammonium-methosulfat. Neben den Verbindungen der Formeln (I) und (II) können auch kurzketttige, wasserlösliche, quaternäre Ammoniumverbindungen eingesetzt werden, wie beispielsweise Trihydroxyethyl-methyl-ammonium-methosulfat oder Cetyl-trimethylammonium-chlorid. Auch protonierte Alkylaminverbindungen, die weichmachende Wirkung aufweisen, sowie die nicht quaternierten, protonierten Vorstufen der kationischen Emulgatoren sind geeignet.

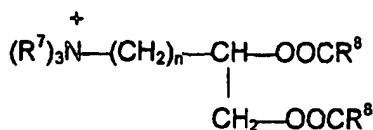
[0017] Werden quaternierte Verbindungen der Formel (II) eingesetzt, die ungesättigte Alkylketten aufweisen, sind die Acylgruppen bevorzugt, deren korrespondierenden Fettsäuren eine Jodzahl zwischen 5 und 25, vorzugsweise zwischen 10 und 25 und insbesondere zwischen 15 und 20 aufweisen und die ein cis/trans-Isomerenverhältnis (in Gew.-%) von 30 : 70, vorzugsweise größer als 50 : 50 und insbesondere größer als 70 : 30 haben.

[0018] Neben den oben beschriebenen quaternären Verbindungen können auch andere bekannte Verbindungen eingesetzt werden, wie beispielsweise quaternäre Imidazoliniumverbindungen der Formel (III)



wobei R<sup>5</sup> einen gesättigten Alkylrest mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, R<sup>6</sup> einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen oder H bedeutet und Z eine NH-Gruppe oder Sauerstoff bedeutet und A ein Anion ist.

[0019] Weitere geeignete quaternäre Verbindungen sind durch Formel (IV) beschrieben,

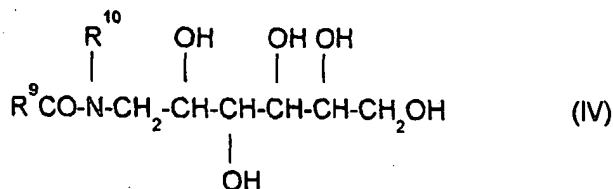


(IV)

wobei  $R^7$  jeweils unabhängig ausgewählt für eine  $C_{1-4}$  Alkyl-, Alkenyl- oder Hydroxyalkylgruppe steht,  $R^8$  jeweils unabhängig ausgewählt eine  $C_{8-28}$  Alkylgruppe darstellt und  $n$  eine Zahl zwischen 0 und 5 ist.

**[0020]** Im Rahmen dieser Anmeldung werden unter nichtionischen Emulgatoren Verbindungen verstanden, die aus der Gruppe der alkoxylierten Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, der alkoxylierten Fettsäureester aus Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen mit Alkoholen mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen und der alkoxylierten Fettalkohole mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, wobei die alkoxylierten Verbindungen HLB-Werte zwischen 3 und 20 aufweisen, sowie Fettsäureamiden und Monoalkanolamiden aus  $C_{12-22}$ -Fettsäuren mit Aminen oder Alkanolaminen mit 1 bis 9 Kohlenstoffatomen, sowie Alkylglykosiden oder Glucamiden, ausgewählt sind. Bevorzugt sind alkoxylierte Verbindungen mit einem HLB-Wert zwischen 3 und 20, vorzugsweise zwischen 8 und 14. Beispiel für erfindungsgemäße nichtionische Emulgatoren sind  $C_{12-18}$ -Fettalkohole mit 7 EO, Cetyl/Stearylalkohol mit 20 EO oder Fettsäurepolyglykolester. Als Alkylglykoside werden Verbindungen der allgemeinen Formel  $RO(G)_x$  eingesetzt, in der  $R$  einen primären geradkettigen oder methylverzweigten, insbesondere in 2-Stellung methylverzweigten aliphatischen Rest mit 8 bis 22, vorzugsweise 12 bis 18 C-Atomen bedeutet und  $G$  das Symbol ist, das für eine Glykoseeinheit mit 5 oder 6 C-Atomen, vorzugsweise für Glucose, steht. Der Oligomerisierungsgrad  $x$ , der die Verteilung von Monoglykosiden und Oligoglykosiden angibt, ist eine beliebige Zahl zwischen 1 und 10; vorzugsweise liegt  $x$  bei 1,2 bis 1,4.

**[0021]** Als Glucamide werden bevorzugt Fettsäure-N-alkylglucamide eingesetzt wie sie durch die Formel (IV) wiedergegeben werden,



wobei  $R^{10}$  für Wasserstoff oder eine Alkylgruppe steht und  $R^9 CO$  für den Acylrest der Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Myristinsäure, Palmitinsäure, Palmoleinsäure, Stearinsäure, Isostearinsäure, Ölsäure, Elaidinsäure, Petroselinsäure, Linolsäure, Linolensäure, Arachinsäure, Gadoleinsäure, Behensäure oder Erucasäure beziehungsweise derer technischer Mischungen steht. Besonders bevorzugt sind Fettsäure-N-alkylglucamide der Formel (IV), die durch reduktive Aminierung von Glucose mit Methylamin und anschließende Acylierung mit Laurinsäure oder  $C_{12/14}$ -Kokosfettsäure beziehungsweise einem entsprechenden Derivat erhalten werden.

**[0022]** Neben den oben genannten Inhaltsstoffen können die erfindungsgemäßen Mittel auch weitere, in Textilweichmachern übliche Stoffe enthalten. Dazu gehören beispielsweise organische Lösungsmittel wie Ethanol oder Isopropylalkohol, Fungizide, Enzyme, beispielsweise Cellulase, Farbstoffe, optische Aufheller, Lecithin, UV-Absorbentien, Konservierungsmittel, soil-repellents, Perlganzmittel oder Duftstoffe. Weiterhin können die Mittel Elektrolyte enthalten, vorzugsweise Natrium-, Magnesium- oder Calciumchlorid, sowie pH-Stellmittel wie z.B. organische und anorganische Säuren.

**[0023]** Die Herstellung der erfindungsgemäßen Dispersionen erfolgt in an sich bekannter Weise, indem man die Inhaltsstoffe mit der notwendigen Menge Wasser vermischt, anschließend auf eine Temperatur von 60 °C erhitzt und 5 bis 30 Minuten in einem Hochgeschwindigkeitsmischer vermischt. Die so erhaltenen wäßrigen Weispülderdispersionen weisen einen pH-Wert zwischen 2 und 7, vorzugsweise zwischen 3 und 6 auf.

#### Beispiele

**[0024]** Die in den Beispielen 1 bis 8 genannten wäßrigen Dispersionen wurden hergestellt indem die entsprechenden

Fettstoffe mit den Emulgatoren und Wasser vorgelegt und unter guter Durchmischung auf 80 °C erhitzt wurden. Nachdem die Rohstoffe homogen dispergiert waren erfolgte die Zugabe des kationischen Emulgators unter guter Durchmischung. Die Dispersion wurde unter mäßigem Rühren auf 30 °C abgekühlt und anschließend die restlichen Bestandteile, wie beispielsweise Parfümöle zudosiert.

**[0025]** Die Zeta-Potentiale der wäßrigen Dispersionen und die Beurteilung der griffgebenden Wirkung kann der Tabelle 1 entnommen werden.

**[0026]** Die Ermittlung der griffgebenden Wirkung erfolgte an vorgewaschenen Frottiergewebetücher, die mit den zu untersuchenden Mitteln ausgerüstet und anschließend an der Raumluft getrocknet wurden. Die Testgewebe wurden dazu in einer Glastrommel mit den zu untersuchenden Mitteln (Konzentration 15 g/kg Trockenwäsche, Wasserhärte 16 °d, Flottenverhältnis 1:5) 5 Minuten lang behandelt, wobei die Trommel in reversierende Bewegungen versetzt wurde. Die Tücher wurden von einem Testpanel (5 Personen) grifftechnisch beurteilt. Der Wäschegriff wurde als Durchschnittswert aus drei Bestimmungen in Noten angegeben (0 = hart, 6 = weich), wobei Griffnoten ab 3,8 als gut bewertet wurden.

**[0027]** Die Messung des Zeta-Potential erfolgte mit Hilfe eines Malvern-Zetazisers® 3 bei einer Temperatur von 25 °C. Zur Bestimmung des Zeta-Potentials wurde die jeweilige Dispersion mit 0,001 molarer Kaliumchlorid-Lösung 1 : 400 verdünnt und anschließend der pH-Wert mit Salzsäure beziehungsweise Natriumhydroxid auf den gewünschten Wert eingestellt. Die angegebenen Werte stellen Mittelwerte aus 5 Messungen dar.

**[0028]** Die erfindungsgemäßen Dispersionen wiesen, bei geringem Anteil an quaternären N-haltigen Verbindungen, gute griffgebende Eigenschaften auf, die mit der Leistung marktüblicher Weichmacher vergleichbar sind, welche als Avivagekomponente nur kationische N-haltige Salze enthalten.

**[0029]** Zum Vergleich wurden die beiden nichterfindungsgemäßen Beispiele 7 und 8 sowie ein handelsüblicher Weichmacher 9 auf Basis eines bekannten quaternären Esteraminsalzes untersucht. 7 weist zwar eine Kombination aus Fettstoff und kationischem und nichtionischem Emulgator auf, das Zeta-Potential bei pH = 7 liegt aber unter + 30 mV. 8 stellt eine Kombination aus einem kationischen und zwei nichtionischen Emulgatoren dar, ohne daß ein erfindungsgemäßer Fettstoff zugesetzt wurde. Das Beispiel 10 zeigt, daß die Kombination der erfindungsgemäßen Inhaltsstoffe nicht zwangsläufig zu Dispersionen mit hohem Zeta-Potential führt.

**[0030]** Für alle Beispielzusammensetzungen gilt, daß die fehlenden Mengen bis 100 Gew.-% Wasser und geringe sonstige Bestandteile (Elektrolyte, Parfümöle, Hilfsstoffe etc.) bedeuten.

Beispiel 1

**[0031]**

1,26 Gew.-% C<sub>16-18</sub> Fettalkohol

0,70 Gew.-% Laurinsäuremethylester + 12 EO

0,54 Gew.-% Bis-(palmytol)ethylhydroxyethyl-methylammonium-methosulfat

Beispiel 2

**[0032]**

5,00 Gew.-% Di-C<sub>16-18</sub>-alkyl-pentaerythritester

0,36 Gew.-% Trimethyl-hexadecyl-ammoniumchlorid

0,30 Gew.-% C<sub>12-16</sub>-Fettalkohol-1,4-glykosid

Beispiel 3

**[0033]**

7,70 Gew.-% Di-C<sub>16-18</sub>-alkyl-pentaerythritester

0,82 Gew.-% Talgamin + 2 EO Addukt (Handelsprodukt Genamin® T 020, Fa. Hoechst)

1,25 Gew.-% Tris-(oligooxyethyl)-alkylammoniumphosphat

Beispiel 4

**[0034]**

5,00 Gew.-% Di-C<sub>16-18</sub>-alkyl-pentaerythritester

# EP 0 920 486 B1

1,08 Gew.-% Methyl-N-(2-hydroxyethyl)-N,N-di(talgacyloxyethyl)-ammonium-methosulfat  
0,56 Gew.-% Laurinsäuremethylester +12 EO

Beispiel 5

[0035]

4,00 Gew.-% C<sub>16-18</sub> Fettalkohol  
1,35 Gew.-% Methyl-N-(2-hydroxyethyl)-N,N-di(talgacyloxyethyl)-ammonium-methosulfat  
0,75 Gew.-% Laurinsäuremethylester +12 EO

Beispiel 6

[0036]

4,00 Gew.-% Glycerin-mono-di-palmitat  
1,35 Gew.-% Methyl-N-(2-hydroxyethyl)-N,N-di(talgacyloxyethyl)-ammonium-methosulfat  
0,90 Gew.-% Laurinsäuremethylester +12 EO

Beispiel 7

[0037]

5,00 Gew.-% Di-C<sub>16-18</sub>-alkyl-pentaerythritester  
0,17 Gew.-% Methyl-N,N-bis(acyloxyethyl)-N-(2-hydroxyethyl)-ammonium-methosulfat  
1,26 Gew.-% Laurinsäuremethylester +12 EO

Beispiel 8

[0038]

2,50 Gew.-% C<sub>12-16</sub>-Fettalkohol-1,4-glykosid  
0,19 Gew.-% Methyl-N,N-bis(acyloxyethyl)-N-(2-hydroxyethyl)-ammonium-methosulfat  
0,84 Gew.-% Laurinsäuremethylester +12 EO

Beispiel 9

[0039]

4,50 Gew.-% Methyl-N-(2-hydroxyethyl)-N,N-di(talgacyloxyethyl)-ammonium-methosulfat

Beispiel 10

[0040]

5,00 Gew.-% Di-C<sub>16-18</sub>-alkyl-pentaerythritester  
1,28 Gew.-% C<sub>12-18</sub>-Fettalkohol +7 EO  
0,82 Gew.-% Talgamin-2 EO-Addukt (Genamin® T 020, Fa. Hoechst)  
0,50 Gew.-% Methyl-N-(2-hydroxyethyl)-N,N-di(talgacyloxyethyl)-ammonium-methosulfat

Tabelle 1

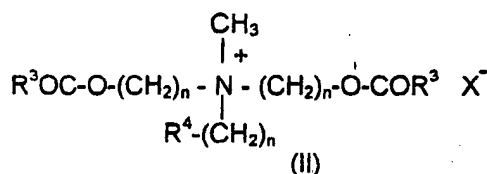
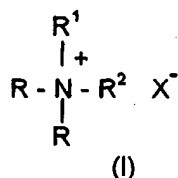
Zusammensetzung	Zeta-Potential [mV]		
	pH = 7	pH = 8	Note
1	52	52	4,7
2	41	38	3,9

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Zusammensetzung	Zeta-Potential [mV]		Note
	pH = 7	pH = 8	
3	42	30	4,7
4	45	45	4,8
5	52	41	4,7
6	52	44	4,3
7	24	27	2,6
8	-35	-32	1,5
9	65	65	5,0
10	27	23	3,5

### Patentansprüche

1. Wäscheweichspülmittel in Form einer wäßrigen Dispersion einer Avivagekomponente, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Avivagekomponente, bezogen auf das Gewicht des Wäscheweichspülmittels, aus 0,5 bis 20 Gew.-% mindestens eines nichtionischen Fettstoffs und 0,2 bis 10 Gew.-% eines wasserlöslichen und/oder wasserunlöslichen kationischen Emulgators und 0 bis 10 Gew.-% eines nichtionischen Emulgators besteht, wobei das Gewichtsverhältnis zwischen Fettstoff und Emulgatoren zwischen 10 : 1 und 0,5 : 1 liegt und der Maßgabe, daß das Zeta-Potential der wäßrigen Dispersion bei einem pH-Wert von 7 und einer Temperatur von 25 °C mindestens + 30 mV beträgt.
2. Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** der wasserunlösliche nichtionische Fettstoff ausgewählt ist aus der Gruppe der Fettsäureester von Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen mit 1 bis 22 Kohlenstoffatomen, sowie Fettsäuren und Fettalkoholen mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen und Mischungen aus diesen Substanzen.
3. Wäscheweichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** als Fettstoff Mono- oder Diester von Fettsäuren mit Pentaerythrit, Monoester und Diester von C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren mit Glycerin oder Monoester von C<sub>12-18</sub>-Fettsäuren mit C<sub>12-18</sub>-Fettalkoholen enthalten ist.
4. Wäscheweichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** der wasserunlösliche kationische Emulgator ausgewählt ist aus der Gruppe der quaternären Ammoniumverbindungen der Formeln (I) oder (II)



wobei R für einen acyclischen Alkylrest mit 12 bis 24 Kohlenstoffatomen, R<sup>1</sup> für einen gesättigten C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> Alkyl- oder Hydroxyalkylrest steht, R<sup>2</sup> entweder gleich R oder R<sup>1</sup> ist und COR<sup>3</sup> für einen aliphatischen Acylrest mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen mit 0, 1, 2 oder 3 Doppelbindungen steht, sowie R<sup>4</sup> gleich H oder OH bedeutet, wobei n den Wert 1, 2 oder 3 hat und X entweder ein Halogenid-, Methosulfat- oder Metaphosphation ist, sowie Mischungen dieser Verbindungen.

5. Wäscheweichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** der nichtionische Emulgator ausgewählt ist der Gruppe der alkoxylierten Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, alkoxylierten Fettsäureester aus Fettsäuren mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen mit Alkoholen mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen, alkoxylierten Fettalkoholen mit 12 bis 22 Kohlenstoffatomen, wobei die alkoxylierten Verbindungen HLB-Werte

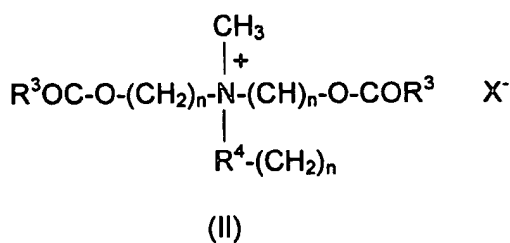
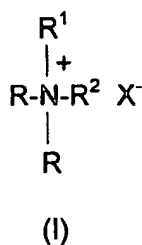


zwischen 3 und 20 aufweisen, sowie Fettsäureamiden und Monoalkanolamiden aus C<sub>12</sub>-C<sub>22</sub>-Fettsäuren mit Aminen oder Alkanolaminen mit 1 bis 9 Kohlenstoffatomen, sowie Alkylglykoside oder Glucamide.

6. Wäscheweichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** die wäßrige Dispersion bei pH = 7 und einer Temperatur von 25 °C ein Zeta-Potential von mindestens + 40 mV aufweist.
7. Wäscheweichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** die wäßrige Dispersion bei pH = 8 und einer Temperatur von 25 °C ein Zeta-Potential von mindestens + 25 mV aufweist.
8. Wäscheweichspülmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Gewichtsverhältnis zwischen Fettstoff und Emulgator zwischen 1 : 1 und 8 : 1, vorzugsweise zwischen 2 : 1 und 6 : 1 liegt.

#### Claims

1. Fabric softeners in the form of an aqueous dispersion of a softening component, **characterized in that** the softening component consists of 0.5 to 20% by weight - based on the weight of the fabric softener - of at least one nonionic fatty compound and 0.2 to 10% by weight of a water-soluble and/or water-insoluble cationic emulsifier and 0 to 10% by weight of a nonionic emulsifier, the ratio by weight of fatty compound to emulsifiers being between 10:1 and 0.5:1 and the zeta potential of the aqueous dispersion at a pH value of 7 and a temperature of 25°C having to be at least +30 mV.
2. Fabric softeners as claimed in claim 1, **characterized in that** the water-insoluble nonionic fatty compound is selected from the group of fatty acid esters of C<sub>12-22</sub> fatty acids with mono- or polyhydric C<sub>1-22</sub> alcohols and C<sub>12-22</sub> fatty acids and fatty alcohols and mixtures thereof.
3. Fabric softeners as claimed in claim 1 or 2, **characterized in that** the fatty compound present is selected from mono- or diesters of fatty acids with pentaerythritol, monoesters and diesters of C<sub>12-18</sub> fatty acids with glycerol or monoesters of C<sub>12-18</sub> fatty acids with C<sub>12-18</sub> fatty alcohols.
4. Fabric softeners as claimed in any of claims 1 to 3, **characterized in that** the water-insoluble cationic emulsifiers is selected from the group of quaternary ammonium compounds corresponding to formula (I) or (II):



in which R is an acyclic alkyl group containing 12 to 24 carbon atoms, R<sup>1</sup> is a saturated C<sub>1-4</sub> alkyl or hydroxyalkyl group, R<sup>2</sup> has the same meaning as R or R<sup>1</sup>, COR<sup>3</sup> is an aliphatic acyl group containing 12 to 22 carbon atoms and 0, 1, 2 or 3 double bonds, R<sup>4</sup> is H or OH, n has a value of 1, 2 or 3 and X is a halide, methosulfate or metophosphate ion, and mixtures of these compounds.

5. Fabric softeners as claimed in any of claims 1 to 4, **characterized in that** the nonionic emulsifier is selected from the group of alkoxyated fatty acids containing 12 to 22 carbon atoms, alkoxyated fatty acid esters of fatty acids containing 12 to 22 carbon atoms with alcohols containing 1 to 10 carbon atoms, alkoxyated fatty alcohols containing 12 to 22 carbon atoms, the alkoxyated compounds having HLB values of 3 to 20, fatty acid amides and monoalkanolamides of C<sub>12-22</sub> fatty acids with amines or alkanolamines containing 1 to 9 carbon atoms, alkyl glucosides or glucamides.
6. Fabric softeners as claimed in any of claims 1 to 5, **characterized in that** the aqueous dispersion has a zeta

potential of at least + 40 mV at pH 7 and at a temperature of 25°C.

7. Fabric softeners as claimed in any of claims 1 to 6, **characterized in that** the aqueous dispersion has a zeta potential of at least + 25 mV at pH 8 and at a temperature of 25°C.

8. Fabric softeners as claimed in any of claims 1 to 6, **characterized in that** the ratio by weight of fatty compound to emulsifier is between 1:1 and 8:1 and preferably between 2:1 and 6:1.

## Revendications

1. Assouplissant pour textile sous la forme d'une dispersion aqueuse d'un composant d'ensimage.

**caractérisé en ce que**

le composant d'ensimage, par rapport au poids de l'assouplissant pour textiles, se compose de 0,5 à 20 % en poids d'au moins un corps gras non ionique et de 0,2 à 10 % en poids d'un émulsifiant cationique soluble dans l'eau et/ou insoluble dans l'eau, et de 0 à 10 % en poids d'un émulsifiant non ionique, le rapport pondéral entre le corps gras et l'émulsifiant se situant entre 10:1 et 0,5:1, et sous réserve que le potentiel zêta de la dispersion aqueuse à un pH de 7 et à une température de 25°C s'élève au moins à +30 mV.

2. Assouplissant pour textile selon la revendication 1,

**caractérisé en ce que**

le corps gras non ionique insoluble dans l'eau est choisi dans le groupe des esters d'acides gras provenant d'acides gras comportant de 12 à 22 atomes de carbone avec des alcools mono- ou polyvalents comportant de 1 à 22 atomes de carbone, ainsi que d'acides gras et d'alcools gras comportant de 12 à 22 atomes de carbone et de mélanges de ces substances.

3. Assouplissant pour textile selon l'une des revendications 1 ou 2,

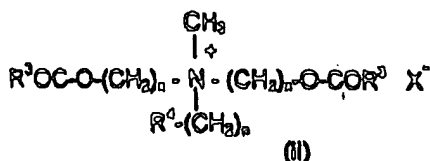
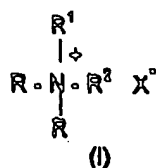
**caractérisé en ce que**

le solide est un mono- ou diester d'acides gras avec le pentaérythritol, un monoester et un diester d'acides gras en C<sub>12</sub> à C<sub>18</sub> avec la glycérine, ou un monoester d'acides gras en C<sub>12</sub> à C<sub>18</sub> avec des alcools gras en C<sub>12</sub> à C<sub>18</sub>.

4. Assouplissant pour textile selon l'une des revendications 1 à 3,

**caractérisé en ce que**

l'émulsifiant cationique insoluble dans l'eau est choisi dans le groupe des composés d'ammonium quaternaire de formules (I) et (II)



dans lesquelles R représente un radical alkyle acyclique comportant de 12 à 24 atomes de carbone, R<sup>1</sup> représente un radical alkyle ou hydroxyalkyle en C<sub>1</sub> à C<sub>4</sub> saturé, R<sup>2</sup> est ou bien identique à R ou bien à R<sup>1</sup>, et COR<sup>3</sup> représente un radical acyle aliphatique comportant de 12 à 22 atomes de carbone avec 0, 1, 2 ou 3 doubles liaisons, et R<sup>4</sup> représente H ou OH. n prenant les valeurs 1, 2 ou 3 et X représentant un ion halogénure, méthosulfate, méthophosphate ou phosphate, ainsi que les mélanges de ces composés.

5. Assouplissant pour textile selon l'une des revendications 1 à 4,

**caractérisé en ce que**

l'émulsifiant non ionique est choisi dans le groupe des acides gras alcoylés comportant de 12 à 22 atomes de carbone, des esters d'acides gras alcoylés provenant d'acides gras comportant de 12 à 22 atomes de carbone avec des alcools comportant de 1 à 10 atomes de carbone, d'alcools gras alcoylés comportant de 12 à 22 atomes de carbone, les composés alcoylés présentant des valeurs d'équilibre hydrophile-lipophile comprises entre 3 et 20, ainsi que d'amides d'acides gras et de monoacétylamides dérivés d'acides gras en C<sub>12</sub> à C<sub>22</sub> avec des amines

## EP 0 920 486 B1

ou des alcanolamines comportant de 1 à 9 atomes de carbone, ainsi que d'alkylglycosides ou de glucamides.

6. Assouplissant pour textiles selon l'une des revendications 1 à 5,  
**caractérisé en ce que**

5 la dispersion aqueuse à pH = 7 et à une température de 25°C présente un potentiel zêta d'au moins +40 mV.

7. Assouplissant pour textiles selon l'une des revendications 1 à 6,  
**caractérisé en ce que**

10 la dispersion aqueuse à pH 8 et à une température de 25°C présente un potentiel zêta d'au moins + 25 mV.

8. Assouplissant pour textiles selon l'une des revendications 1 à 6,  
**caractérisé en ce que**

15 le rapport pondéral entre la matière grasse et l'émulsifiant se situe entre 1:1 et 8:1, de préférence entre 2:1 et 6:1.

15

20

25

30

35

40

45

50

55